

хроматограммы с более четкими пятнами в области концентраций аналитов $10^{-5} - 10^{-6}$ моль/дм³ вследствие увеличения гидрофильности неподвижной фазы. Оптимальный состав подвижной фазы изобутиловый спирт – ацетон – 0,1 моль/дм³ раствор КОН в объемном соотношении 0,5 : 0,2 : 0,3 обеспечивает полное разделение красителей. Коэффициенты подвижности (R_f) красителей увеличиваются в следующем ряду: E102 < E124 < E110 < E122.

Минимальным значением R_f отличается наиболее растворимый в воде краситель E102. Краситель E122 характеризуется наименьшей растворимостью в воде и максимальным коэффициентом подвижности.

Одним из способов повышения скорости хроматографического разделения красителей и, соответственно, сокращения продолжительности анализа является хроматография с закрытым слоем сорбента. Для обеспечения равномерного экранирования слоя сорбента от воздушной среды применяли систему из двух материалов – стекла и полиэтилена.

Модификация поверхности сорбента растворами гидрофильных полимеров уменьшает размывание пятен красителей. Одним из наиболее эффективных модификаторов является 2 %-ный раствор поли-N-винилпирролидона (ПВП-10000). Полимер удерживает красители в слое сорбента, исключая их быстрое перемещение вместе с подвижной фазой. При этом пятна красителей имеют правильную (круглую) форму и селективно распределяются на хроматограмме.

Анализ концентратов красителей при хроматографическом разделении в закрытом слое сорбента имеет ряд преимуществ: нет необходимости насыщать парами растворителей газовую фазу хроматографической камеры, время анализа уменьшается с 40 до 20 мин.

ДИАСОРБ-250-АМИН КАК ПЕРСПЕКТИВНЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ Cu(II)

Колташева А.В., Маслакова Т.И., Первова И.Г., Липунов И.Н.

Уральский государственный лесотехнический университет
620100, г. Екатеринбург, Сибирский тракт, д. 37

В настоящее время для детектирования меди(II) наиболее перспективными являются сорбционно-аналитические методы: концентрирование токсикантов на поверхность силикагелей с иммобилизованными органическими реагентами либо сорбция предварительно сформированных внутриклеточных соединений (ВКС) в растворе на немодифицированный силикагель. Варьирование

данных подходов позволяет снизить нижние границы определяемых концентраций и улучшить метрологические характеристики разработанных методик.

В данной работе в рамках создания новых аналитических сорбентов в качестве твердофазного носителя был использован силикагель ДИАСОРБ-250-Амин с ковалентно закрепленными аминогруппами (0.4 ммоль/г). Согласно первому методу по механизму ионного обмена за счет электростатических взаимодействий между положительно заряженной аминогруппой силикагеля и диссоциированной сульфогруппой 1-(4-сульфофенил)-3-метил-5-(бензтиазол-2-ил)формаза осуществляли модифицирование твердофазной матрицы. В ярко-малиновый цвет окрашивается только поверхность гранул носителя, внутренняя структура силикагеля не изменяется, на что указывает анализ общего вида локальных ИК-микроскопических спектров. Окраска модифицированного силикагеля при высыхании сохраняется, но при кипячении в течение 20-30 минут происходит смывание функциональных групп формаза.

При контакте модифицированного силикагеля с ионами Cu(II) наблюдается изменение окраски от ярко-малиновой до синей, причем интенсивность окраски твердофазного носителя зависит от концентрации ионов меди(II), что позволяет нам построить цветовую шкалу в диапазоне 3.0-60.0 мг/л ($\text{Sr} < 0.26$), предел визуального обнаружения 1.5 мг/л. Следует отметить, что максимум поглощения ВКС, сформированного на поверхности сорбента, не совпадает с максимумом поглощения ВКС, полученного в растворе что, по-видимому, свидетельствует о формировании гетеролигандного комплексного соединения с участием аминогрупп силикагеля.

При реализации второго аналитического подхода путем взаимодействия ионов Cu(II) с 1-(4-сульфофенил)-3-метил-5-(бензтиазол-2-ил)формазаном в водно-этанольном (1:10) растворе был сформирован комплекс состава CuL_2 ($\lambda_{\text{max}} = 640 \text{ нм}$, $\Delta\lambda = 235 \text{ нм}$, $\epsilon_k = 1.5 \cdot 10^4$, $\lg \beta_k = 11.718$), который со степенью извлечения 99% ($a_{\text{max}} = 92.6$ Ммоль/г). сорбируется исходным силикагелем ДИАСОРБ-250-Амин. Отмечено, что увеличение интенсивности окраски твердофазного сорбента пропорционально росту концентрации ионов Cu(II) в растворе. Данный подход позволяет количественно определять содержание ионов меди (II) в водных растворах в концентрационных пределах 0.1-5.0 мг/дм³ с помощью имитационной цветовой шкалы. Нижняя граница определения – 0.05 мкг/см³. Продолжительность определения не превышает 15 мин. Определению Cu(II) не мешают массовые концентрации Hg(II) , Co(II) , Cd(II) в соотношении 5:1.

Таким образом, варьируя условия протекания сорбции ионов меди(II), можно снизить нижние границы определяемых концентраций элемента.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант №11-03-00181-а)

МЕТОДИКА АНАЛИЗА КОФЕ НА СОДЕРЖАНИЕ МЕТАЛЛОВ

Логинова Е.С., Никольский В.М.

Тверской государственный университет
170100, г. Тверь, ул. Желябова, д. 33

В связи с тем, что кофейное дерево произрастает на плодородных почвах с богатым минеральным составом, обычно вулканического происхождения, ценность и вкусовые качества кофейных зерен сильно зависят от места и условий произрастания. На специфических индивидуальностях каждого сорта кофе в зависимости от места произрастания (кофейное дерево сорта «Арабика» растет на высоте свыше 1000 м над уровнем моря на горных склонах, а каждое кофейное дерево сорта «Робуста» растет в низинах в более жарком климате, чем «Арабика») основан метод анализа подлинности кофе по содержанию минеральных веществ. Так по содержанию железа, калия, кальция, натрия, марганца, цинка, меди, магния и фосфора можно установить соответствие кофе той марке, которая указана на упаковке. В настоящее время в торговой сети все чаще наблюдается фальсификация пищевых продуктов, в том числе и кофе, поэтому остро встает вопрос экспресс-контроля качества пищевых продуктов.

Кроме того при анализе минерального состава кофе можно определить наличие или отсутствие нежелательных примесей металлов, например, присутствие свинца (согласно качественным требованиям допускается его присутствие в количестве, не более 1,0 мг/кг), мышьяка (не более 1,0 мг/кг), кадмия (не более 0,05 мг/кг), ртути (не более 0,02 мг/кг).

Сырые кофейные зерна содержат 3-4,5% минеральных веществ. Состав и содержание основных элементов минеральных веществ: калий 1712-1750 мг на 100 г продукта, магний 142-176 мг на 100 г продукта, кальций 76-120 мг на 100 г продукта, натрий 2,3-17 мг на 100 г продукта, железо 2,1-10,0 мг на 100 г продукта, марганец 1,1-9,8 мг на 100 г продукта, цинк 0,5-3,2 мг на 100 г продукта, медь 0,6-2,3 мг на 100 г продукта. В сырых кофейных зернах также обнаружены следы хрома, ванадия, бария, никеля, кобальта, свинца, молибдена, титана и кадмия.

[1]